



①9 **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 199 52 273 A 1**

⑤ Int. Cl.7:  
**H 01 L 21/768**  
H 01 L 21/283

⑦1 Aktenzeichen: 199 52 273.1  
⑦2 Anmeldetag: 29. 10. 1999  
⑦3 Offenlegungstag: 11. 5. 2000

**DE 199 52 273 A 1**

③0 Unionspriorität:  
10-312443 02. 11. 1998 JP  
11-063921 10. 03. 1999 JP

⑦1 Anmelder:  
Kabushiki Kaisha Kobe Seiko Sho (Kobe Steel, Ltd.),  
Kobe, JP

⑦4 Vertreter:  
Tiedtke, Bühling, Kinne & Partner, 80336 München

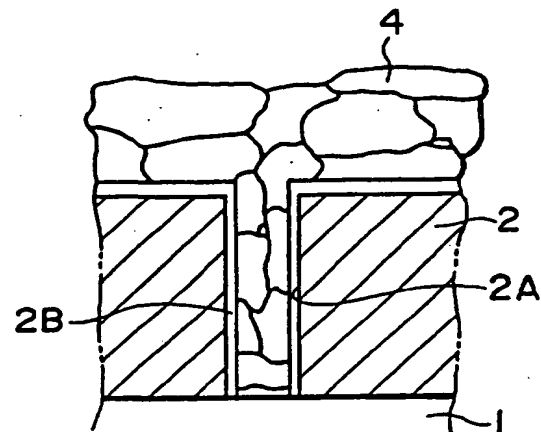
⑦2 Erfinder:  
Fujikawa, Takao, Takasago, Hyogo, JP; Kadoguchi,  
Makoto, Takasago, Hyogo, JP; Suzuki, Kohei, Kobe,  
Hyogo, JP; Mizusawa, Yasushi, Susono, Shizuoka,  
JP; Kondou, Tomoyasu, Susono, Shizuoka, JP;  
Taguchi, Yoji, Susono, Shizuoka, JP

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Verfahren zur Bildung eines Verbindungsfilmes

⑤7 Die Erfindung stellt ein Filmbildungsverfahren zur Bedeckung der Oberfläche eines Isolierfilms eines Halbleitersubstrats mit einem porenfreien Kupfer-Verbindungsfilm bereit. Die Oberfläche des Isolierfilms (2) eines Halbleitersubstrats (1) wird mit einem Film aus Kupfer oder einer Kupferlegierung (3) durch Plattieren, CVD oder PVD bedeckt und der gesamte Körper wird dann in einer Gasatmosphäre unter Hochdruck erhitzt, um die Oberfläche mit einem porenfreien Verbindungsfilm (4) zu bedecken.



**DE 199 52 273 A 1**

Die Erfindung bezieht sich auf die Bildung eines Verbindungsfilmes beim Herstellungsverfahren eines Halbleiters, wie einer ultrahochintegrierten Schaltung (ULSI) und insbesondere auf ein Verfahren zur Füllung eines Lochs eines Verbindungsteils oder einer Verbindungsnut mit einem Verbindungsfilmmaterial zur Bereitstellung zufriedenstellender Haftung durch Bildung eines Verbindungsmaterials aus einem Kupfer- oder Kupferlegierungsfilm durch entweder Plattierung, chemische Dampfabcheidung (CVD) oder physikalische Dampfabcheidung (PVD) und ferner Behandlung von diesem in einer Gasatmosphäre mit hohem Druck und hoher Temperatur.

Das japanische Patent Nr. 26 660 040 (Dokument 1) (eingetragen am 6. Juni 1997) offenbart ein Vakuum-Filmverfahren, das folgende Schritte aufweist: Bildung eines dünnen Metallfilms auf einem Substrat mit einem ausgesparten Teil durch ein Verfahren zur Bildung eines Dünnsfilms unter Vakuum wie Zerstäuben (Sputtern), CVD, Vakuumverdampfung oder dergleichen; Erhitzen des gesamten Metaldünnsfilms, der auf dem Substrat gebildet wurde zu dessen Fluidisierung und Unterdrucksetzen des Metalls des fluidisierten Metaldünnsfilms durch ein Gas zur Füllung des ausgesparten Teils mit dem Metall des Metaldünnsfilms derart, daß keine Formhöhlung innerhalb des ausgesparten Teils erzeugt wird.

Die japanische offengelegte Patentanmeldung Nr. 7-193 063 (Dokument 2) offenbart ein Verfahren zur Bearbeitung eines Gegenstands mit einer Oberfläche, die wenigstens einen ausgesparten Teil innerhalb der Oberfläche aufweist, und das Verfahren umfasst die Bildung einer Schicht auf wenigstens einem Teil der Oberfläche zur Erweiterung der Schicht oberhalb des ausgesparten Teils und Ausüben eines ausreichend hohen Drucks und einer ausreichend hohen Temperatur auf dem Gegenstand und die Schicht, um einen Teil der Schicht zu deformieren und den ausgesparten Teil zu füllen.

In diesen Dokumenten nach dem Stand der Technik ist beschrieben, daß der Gegenstand aus einem Halbleiterwafer besteht, der ausgesparte Teil aus einem Loch, einer Nut oder einer auf dem Halbleiterwafer gebildeten Kerbung besteht und die Schicht aus einem Metall wie Aluminium besteht. Es ist auch offenbart, daß für das Unterdrucksetzen bei einer Temperatur von 350°C bis 650°C und einem Druck von 3.000 psi oder mehr ein Gas verwendbar ist, wenn die Schicht Aluminium ist und daß es nötig ist, die Dicke der auf dem Loch oder der Nut gebildeten Schicht wenigstens mit der Breite des Lochs einzustellen. Ferner ist auch beschrieben, daß der Halbleiter selbst mit einem Herstellungsverfahren einschließlich einer Vielzahl von Schritten zu dessen Bildung hergestellt werden kann, selbst wenn eine Vielzahl von Schichten mit unterschiedlichen Eigenschaften in diesem enthalten sind.

Als Verfahren zur Füllung der Formhöhlung, die in dem Loch oder der Nut gebildet ist und zur Verbesserung der Leitfähigkeit des Halbleiter-Verbindungsfilms dient, ist in diesen Dokumenten nach dem Stand der Technik gezeigt, daß ein Einpressen oder Einfließenlassen unter hohem Druck bei einer hohen Temperatur wirksam ist. Der aus dieser Technik bekannte Al-Verbindungsfilm hat jedoch hinsichtlich der für das Verbindungsmaterial im Hinblick auf die zukünftige Verfeinerung von ULSI erforderlichen EM-Beständigkeit (Elektronenwanderung) und der Reduktion des elektrischen Widerstands eine Grenze erreicht. Obwohl kürzlich Hoffnungen auf Cu gesetzt wurden, das man in dieser Hinsicht als dem Al überlegen betrachtet, können die gleichen Ergebnisse selbst dann nicht erhalten werden, wenn die vorstehenden bekannten Techniken der Dokumente 1 und 2 auf die gleiche Weise angewendet werden, da die Filmbildungsbedingungen und das Gefüge des Films nach der Abscheidung sich stark von den Eigenschaften des Al unterscheiden.

Als Ergebnis experimenteller Untersuchungen in Bezug auf die Anwendung dieses Standes der Technik hauptsächlich auf einen Kupfer-Verbindungsfilm wurde gefunden, daß weitere Probleme bei der industriellen Produktion bestehen.

Das erste Problem besteht darin, daß ein Filmbildungsmaterial in dem Zustand aufgebracht werden muß, in dem es das Loch oder die Nut zum Zeitpunkt der Filmabscheidung perfekt bedeckt, um ein Gefüge ohne Poren in dem Loch oder der Nut während der Hochdruck-Füllbehandlung zu bilden. Obwohl das Sputtern herkömmlicherweise zur Bildung eines Al- oder Al-Cu-Legierungsverbindungsfilms eingesetzt wird, wird es kaum für den Kupfer-Verbindungsfilm verwendet, da es schwierig ist, durch ein Ätzverfahren als Nachbehandlung Linien zu bilden. Die Naßplattierung (Elektroplattierung oder stromlose Plattierung) für den Kupfer-Verbindungsfilm hat Beachtung gefunden. Die Naßplattierung beinhaltet das Problem, daß ein Neuaufbau einer Plattierungsanlage und einer weiteren Fabrik nötig ist, während das Sputtern zur Reduzierung der Anlagenkosten geeignet ist, da die meisten ULSI-Hersteller bereits die Anlage dafür besitzen.

Die Anmelderin schlug ein Verfahren zur Bereitstellung einer stabilen Verbindungsstruktur vor, indem ein Kupfer-Verbindungsfilm mit diesem Sputterverfahren gebildet wird und die mit einer Behandlung unter Hochdruck-Gasatmosphäre darunter gebildeten Poren entfernt werden (japanische Patentanmeldungen Nr. 10-63439, 10-91651 und 10-113649), aber derzeit besitzt dieses Verfahren die folgenden Probleme.

Da das Gefüge oder die Eigenschaft der gebildeten Filme in großem Maße abhängig ist von der Art, wie die Filmabscheidungsbedingungen beim Sputtern eingestellt werden, sind die Filmabscheidungsbedingungen extrem wichtig und die Temperatur der Filmabscheidung besitzt auch einen großen Einfluß auf die Eigenschaften des gebildeten Films. Die Bedingung des Sputterns zur wirksamen Blockierung des Lochs oder der Nut besteht darin, daß ein Substrat auf 300°C oder mehr erhitzt wird. In diesem Fall wird jedoch ein Phänomen beobachtet, wobei das Wachstum der Kristallkörner bis zu einer Größe von etwa einigen Mikrometern auftritt, obwohl der offene Teil des Lochs oder der Nut gefüllt wird.

Wenn der Lochdurchmesser so gering wie 0,25 µm oder weniger in einem so gebildeten Kupfer-Verbindungsfilm (Reinheit: 99,9% oder mehr) ist, wird das Lochteil im Zustand eines Einkristalls gebildet. Zur Beseitigung der Poren des Kupfer- oder Kupferlegierungsmaterials in diesem Zustand ist die Druckfüllung durch plastische Deformation erforderlich, was das Problem mit sich bringt, daß ein Druck von 100 MPa oder mehr, selbst bei einer Temperatur von 450°C nötig ist. Einer der Gründe hierfür ist es, daß die Kristallstruktur des Kupferfilms aus großen Kupferkristallkörnern besteht und eine starke Orientierung (111) gegenüber der Substratoberfläche aufweist.

Die Druckbehandlung bei einer derartig hohen Temperatur ist hinsichtlich der Kombination eines geringeren elektrischen Widerstands mit einem Isolierungsfilm mit geringer dielektrischer Konstante zur Erreichung einer höheren Behandlungsgeschwindigkeit einer Halbleitervorrichtung in der Zukunft problematisch. Als Material für einen Isolierungsfilm mit geringer dielektrischer Konstante wurde ein wärmebeständiges Harzmaterial als vielversprechender Kandidat betrachtet und dessen Entwicklung vorangetrieben. Die Temperatur, bis zu der es wärmebeständig ist, liegt jedoch lediglich bei 400°C und die Temperatur der Druckbehandlung wird auf 400°C oder weniger und vorzugsweise auf 380°C oder

weniger eingestellt.-

Der Erfindung liegt also das Problem zugrunde, ein Verfahren zur Bildung eines Verbindungsfilms bereitzustellen, bei dem Poren eines Verbindungsfilms aus Kupfer oder einer Kupferlegierung, die durch entweder Plattieren, CVD oder PVD gebildet werden, bei geringstmöglichem Druck beseitigt werden können.

Diese Aufgabe wird gelöst durch das erfindungsgemäße Verfahren, bei dem ein Verbindungsfilm gebildet wird, indem die Oberfläche des Isolationsfilms eines Substrats, der ein darauf gebildetes Loch oder eine Nut aufweist, mit einem metallischen Material aus Kupfer oder einer Kupferlegierung bedeckt wird, wodurch der innere Teil des Lochs oder der Nut mit dem metallischen Material gefüllt wird und die folgenden technischen Maßnahmen werden an dieses Verfahren angepaßt.

Ein Verfahren zur Bildung eines Verbindungsfilms umfaßt gemäß einem ersten Gesichtspunkt der Erfindung die Fällung eines metallischen Materials aus Kupfer oder einer Kupferlegierung, das aus Kristallkörnern besteht, in dem inneren Teil des Lochs oder der Nut und auf der Oberfläche einer Sperrschicht auf einem Isolierungsfilm oder einer auf der Sperrschicht mittels Plattierung oder CVD gebildeten Impfschicht und anschließend Erhitzen des gesamten Körpers unter einer Hochdruck-Gasatmosphäre, damit das Kristallkornwachstum der Kristallkörner in dem metallischen Material fortschreitet, während die Erzeugung von Poren unterdrückt wird, wodurch die gesamte Oberfläche des Substrats und des inneren Teils des Lochs oder der Nut mit einem im wesentlichen porenfreien Film des metallischen Materials bedeckt wird.

Ein Verfahren zur Bildung eines Verbindungsfilms gemäß einem zweiten Gesichtspunkt der Erfindung umfaßt die Fällung eines metallischen Materials aus Kupfer oder einer Kupferlegierung, das aus Kristallkörnern besteht, in dem inneren Teil des Lochs oder der Nut und auf der Oberfläche einer Sperrschicht auf einem Isolierungsfilm oder einer auf der Sperrschicht mittels PVD gebildeten Impfschicht und anschließend Erhitzen des gesamten Körpers einschließlich des Substrats in einer Hochdruck-Gasatmosphäre, damit das Kristallkornwachstum der Kristallkörner in dem metallischen Material fortschreitet, während die Erzeugung von Poren unterdrückt wird, wodurch die gesamte Oberfläche des Substrats und des inneren Teils des Lochs oder der Nut mit einem im wesentlichen porenfreien Film des metallischen Materials bedeckt wird.

Ein Verfahren zur Bildung eines Verbindungsfilms gemäß einem dritten Gesichtspunkt der Erfindung umfaßt die Bildung einer Sperrschicht auf dem Isolierungsfilm mit CVD oder PVD, Aussetzen des entstandenen Substrats einer Gasatmosphäre mit hohem Druck und hoher Temperatur zur genauen Anpassung der Sperrschicht an den Isolierungsfilm, Ausfällen des metallischen Materials aus Kupfer oder einer Kupferlegierung, das aus Kristallkörnern besteht, in dem inneren Teil des Lochs oder der Nut und auf der Oberfläche der Sperrschicht auf dem Isolierungsfilm oder einer auf der Sperrschicht gebildeten Impfschicht und anschließend Erhitzen des gesamten Körpers in einer Gasatmosphäre unter hohem Druck, damit das Kristallkornwachstum der Kristallkörner in dem metallischen Material fortschreitet, während die Erzeugung von Poren unterdrückt wird, wodurch die gesamte Oberfläche des Substrats und des inneren Teils des Lochs oder der Nut mit einem im wesentlichen porenfreien Film des metallischen Materials bedeckt wird.

Ein Verfahren zur Bildung eines Verbindungsfilms gemäß einem vierten Gesichtspunkt der Erfindung umfaßt die Bildung einer Sperrschicht auf dem Isolierungsfilm mit CVD oder PVD, das Aussetzen des Substrats einer Gasatmosphäre mit hoher Temperatur und hohem Druck zur genauen Anpassung der Sperrschicht an den Isolierungsfilm, Ausfällen des metallischen Materials aus Kupfer oder einer Kupferlegierung, das aus Kristallkörnern besteht, in dem inneren Teil des Lochs oder der Nut und auf der Oberfläche der Sperrschicht auf dem Isolierungsfilm oder einer auf der Sperrschicht entweder mit Plattierung, CVD oder PVD gebildeten Impfschicht und anschließend Erhitzen des gesamten Körpers in einer Gasatmosphäre mit hohem Druck nach Zugabe von Wasserstoff zu dem Film des metallischen Materials, damit das Kristallkornwachstum der Kristallkörner in dem metallischen Material fortschreitet, während die Erzeugung von Poren unterdrückt wird, wodurch die gesamte Oberfläche des Substrats und des inneren Teils des Lochs oder der Nut mit einem im wesentlichen porenfreien Film des metallischen Materials bedeckt wird.

Das hier bezeichnete "Substrat" bedeutet ein Si-Substrat (Halbleitersubstrat), "Plattieren" bedeutet Naßplattieren und die "Impfschicht" bedeutet eine Kupferimpfschicht.

Erfindungsgemäß ist es vorteilhaft, die Kristallkörner des metallischen Materials auf der Oberfläche der Impfschicht mit Elektroplattierung nach Bildung der Impfschicht auf der Sperrschicht durch CVD oder Sputtern auszufällen.

Da eine SiO<sub>2</sub>-Isolierfilmschicht auf dem Si-Substrat gebildet wird, kann die Elektroplattierung darauf nicht ohne weiteres angewendet werden. Daher ist ein Überzugsfilm (Impfschicht) nötig und natürlicherweise wird das gleiche Material dafür verwendet. Zur Bildung dieser Impfschicht kann die stromlose Plattierung verwendet werden, aber CVD und Sputtern werden im Hinblick auf die Vermeidung von Verunreinigungen und die Steuerungsfähigkeit der Filmdicke empfohlen.

In den erfindungsgemäßen Strukturen besteht das metallische Material wünschenswerterweise aus feinen Kristallkörnern mit einer mittleren Kristallkorngröße von 0,1 µm oder weniger.

Durch Einstellung der Kristallkorngröße auf 0,1 µm oder weniger, macht sich das superplastische Phänomen bemerkbar und die Porenfreiheit bei geringerem Druck und geringerer Temperatur kann erreicht werden.

Die Fig. 1a, 1b und 1c zeigen typische Ansichten der herkömmlichen Technik, wobei Fig. 1a ein Gefüge mittels Sputterfilmbildung und die Fig. 1b und 1c Gefüge mittels einer Füllbehandlung in einer Gasatmosphäre unter hoher Temperatur und hohem Druck zeigen.

Die Fig. 2a, 2b und 2c zeigen typische Ansichten von Gefügen gemäß der Erfindung und eines Vergleichsbeispiels, wobei Fig. 2a ein Gefüge mittels Filmbildung entweder durch CVD, Plattierung oder PVD zeigt, Fig. 2b ein Gefüge gemäß dem Vergleichsbeispiel (Füllen mit thermischer Behandlung bei atmosphärischem Druck) und Fig. 2c ein Gefüge gemäß der Erfindung zeigt.

Die Fig. 3a, 3b und 3c zeigen typische Ansichten von Gefügen gemäß der Erfindung und eines Vergleichsbeispiels, wobei Fig. 3a ein Gefüge mittels Filmbildung mit CVD, Plattierung oder PVD zeigt, Fig. 3b ein Gefüge gemäß dem Vergleichsbeispiel und Fig. 3c ein Gefüge gemäß der Erfindung zeigt.

Nachstehend werden die bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung beschrieben.

Die Struktur und die Wirkungen gemäß der Erfindung werden nachstehend durch Vergleich mit der Filmbildungsein-

richtung gemäß der früheren Erfindung (japanische Patentanmeldung Nr. 10-63439) und den Vergleichsbeispielen unter Bezugnahme auf die Zeichnungen beschrieben.

Erfindungsgemäß wurden Untersuchungen in Bezug auf die Füllbehandlung in einer Gasatmosphäre bei hoher Temperatur und hohem Druck mit einem Kupfer-Verbindungsfilm, gebildet durch Sputtern (japanische Patentanmeldung Nr. 10-63439) durchgeführt und es wurden die folgenden Erkenntnisse erhalten.

Der Zustand eines mit einem derartigen Verfahren gebildeten reinen Kupferfilms zeigt ein Gefüge, wie es in Fig. 1a gezeigt ist. In Fig. 1a bezeichnet 1 ein Halbleitersubstrat, dargestellt durch einen Si-Wafer, 2 ist ein oxidiertes Isolierfilm mit einem darin gebildeten Loch oder einer Nut 2A ( $\text{SiO}_2$ -Isolierfilm), 3 ist ein Verbindungsfilm, der aus Cu-Kristallkörnern besteht und durch Sputtern gebildet ist. Er besteht aus relativ großen Kristallkörnern, wie aus Fig. 1A offensichtlich ist. Wenn ein Film mit einem derartigen Gefüge einer Füllbehandlung in einer Gasatmosphäre mit hoher Temperatur und hohem Druck bei 450°C, 100 MPa oder mehr aufgrund der vorstehenden Einschränkung der Temperatur unterworfen wird, bildete sich ein Verbindungsfilm 4, wobei die Füllbehandlung eines Lochs 2A die in den Fig. 1b und 1c gezeigten Zustände durchlief. Wenn der Druck auf 200 MPa erhöht wird, wird ein Gefüge mit Doppelstrukturen 4A an verschiedenen Stellen gemäß der Entspannung in einem Druckreduzierungsverfahren nach Füllen infolge plastischen Flusses beobachtet, wie in Fig. 1c gezeigt ist. Da innerhalb des Kontaktlochs jedenfalls keine sogenannte Korngrenze erzeugt wird, besitzt der Kupfer-Verbindungsfilm 4 einen extrem geringen elektrischen Widerstand.

Obwohl es stark bevorzugt ist, den inneren Teil des Lochs 2A auf diese Weise mit dem Einkristall im Hinblick auf den geringeren elektrischen Widerstand zu füllen, erfordert die Füllbehandlung unter Druck in einer Gasatmosphäre mit hoher Temperatur und hohem Druck einen Druck von 100 MPa oder mehr bei einer geringen Temperatur von 450°C oder weniger und einen Druck von 150 MPa oder mehr, wenn der Durchmesser des Lochs 2A mit 0,13 µm gering ist. Das Erfordernis des hohen Drucks bringt ein bedeutendes Problem bei der Anwendung auf das Produktionsverfahren mit sich, da die für die Füllbehandlung unter Druck verwendete Vorrichtung extrem groß ausgelegt ist.

Erfindungsgemäß wurde die Füllung durch Diffusionsrückfluß einer offenen Nut mit dem Material des Verbindungsfilms gleichzeitig mit der Maßnahme der Reduzierung des Drucks bei der Füllbehandlung unter Druck untersucht. Folglich wurde gefunden, daß eines der Lösungsmerkmale die Verwendung einer Filmbildungstechnik ist, bei der die Fällung der feinstmöglichen Kristallkörner oder eine sogenannte superplastische Verformung durch Verfeinerung der Kristallkörner möglich ist und die Kristallkörner vergrößert werden, während die Erzeugung von Poren unterdrückt wird, die zum Zeitpunkt des Kristallkornwachstums beim Erhitzen in einer Gasatmosphäre unter hohem Druck leicht auftritt und folglich ein Film mit einem Gefüge gebildet wird, welches aus großen Kristallkörnern besteht. Ferner wurde erfindungsgemäß gefunden, daß dafür erforderlich ist, das Gefüge des Kupfer-Verbindungsfilms nach seiner Bildung nicht aus großen Kristallkörnern besteht, wie es in Fig. 1a gezeigt ist, sondern aus den feinstmöglichen Kristallkörnern besteht und es ist vorteilhaft, die Temperatur des Halbleitersubstrats bei der Filmbildung durch PVD niedrig zu halten und die Eingangsleistung beim Sputtern zu reduzieren. Auf Grundlage dieser Kenntnisse wurden CVD, Plattierung und PVD als Filmbildungsmaßnahme untersucht.

Die Fig. 2 zeigt typische Ansichten von Gefügen durch Filmbildung mit CVD oder Naßplattierung sowie PVD, wobei 2B eine Sperrschicht in dem Loch oder der Nut 2A und auf einem Isolierfilm 2 bezeichnet und gemeinsame Bezugszeichen identisch wie in Fig. 1 verwendet wurden.

Fig. 2 zeigt typischerweise ein Vergleichsbeispiel gemäß Fig. 2b mit einem Gefüge eines Kupfer-Verbindungsfilms 4, der erhalten wurde durch Erhitzen eines polykristallinen Kupferfilms 3 mit feinen Kristallkörnern, wie sie in Fig. 2a gezeigt sind unter atmosphärischem Druck (oder Vakuum) und Fig. 2c zeigt erfindungsgemäß das Gefüge des Kupfer-Verbindungsfilms 4, der erhalten wurde durch Erhitzen in einer Gasatmosphäre bei hohem Druck. Die feineren Poren liegen zwischen feinen Kupferkristallkörnern gemäß Fig. 2a. Die Kupferkristallkörner werden beim Erhitzen unter atmosphärischem Druck oder Vakuum entwickelt und einige der vorstehenden Poren aggregieren zu diesem Zeitpunkt unter Bildung einer großen Pore 5. Wenn das Material des Sperrfilms eine hohe Affinität zu Kupfer besitzt, bildet sich die Pore 5 durch Aggregation leicht im zentralen Teil des Lochs oder der Nut oder in einem Teil in der Nähe des Locheinlasses. Wenn die Affinität des Sperrfilmmaterials zu Kupfer gering ist, aggregieren die Poren andererseits im unteren Teil des Lochs oder der Nut unter Bildung einer großen Formhohlung, da lediglich die Kupferkristallkörner sich gegenseitig anreichern.

In Fig. 2 ist der Durchmesser oder die Breite des Lochs oder der Nut 2A 0,5 µm oder weniger und kann in der Größenordnung von 0,2 µm oder weniger liegen. So liegt die Kristallkorngröße im Bereich von 0,1 µm oder weniger, wie aus der Erläuterung der Fig. 1 und 2 ersichtlich ist, so daß die Wirkung des Kristallkornwachstums sich wie vorstehend beschrieben zeigt. Die Kristallkorngröße von 0,1 µm ist eine Korngröße, bei der die Kristallkörner mit geringerer Größe beim Stehenlassen bei Raumtemperatur nach dem Plattieren während der Filmbildung durch Plattieren infolge des Härstens (Temperns) wachsen und dann aufhören zu wachsen. Dies ist eine weitere Bedingung für die Ausübung der Erfindung.

Ein aus Kristallkörnern mit dieser Güte bestehender Film kann auch durch PVD gebildet werden, wenn die Temperatur des Substrats 1 bei etwa Raumtemperatur gehalten wird. Da die Substrattemperatur jedoch durch die bei PVD erzeugte Wärme erhöht wird, erhöhen sich die Dimensionen mit weiterer Behandlungszeit der PVD oder in den später anhaftenden Körnern jedoch leicht. Dies kann verhindert werden, indem das Substrat bei der Filmbildung abgekühlt wird. Im Gegensatz dazu wird im allgemeinen die Substrattemperatur bei CVD gesteuert. Bei der Plattierung ist die Temperatur bei der Filmbildung Raumtemperatur oder höchstens einige 10°C oder weniger, was zur Bereitstellung eines Films bestehend aus extrem kleinen Kristallkörnern geeignet ist.

In der vorstehenden Erläuterung der Fig. 2 ist es insbesondere wirksam, das Loch mit dem Kupferverbindungsfilm durch Druckfüllung zu füllen, indem auch das superplastische Phänomen eingesetzt wird. In diesem Fall ist es nötig, die offenen Teile des Lochs oder der Nut in perfektem blockiertem Zustand mit dem Material des Verbindungsfilms zu bedecken. Durch Bildung eines derartigen Zustands wird das Material des oberen Kupferverbindungsfilms plastisch deformiert in Form eines einfachen Extrusionsphänomens und in das Loch oder die Nut unter Füllung der Teile der Aushöhlung extrudiert.

Da die Extrusionsdeformation bei geringerem Druck oder geringerer Temperatur infolge des superplastischen Phänomens durchgeführt werden kann, da die Kristallkörner des Materials des Kupferverbindungsfilms feiner sind, sind die Kristallkörner wie gewünscht fein. In Falle der Plattierung können die Kristallkörner durch Erhöhung der Ausfällungsgeschwindigkeit auf einfache Weise verfeinert werden, da die Plattierung bei etwa Raumtemperatur durchgeführt wird und es kann auch ein Film mit einer mittleren Kristallkorngröße von 5 bis 50 nm gebildet werden. Es ist jedoch nicht empfehlenswert, die Ausfällung bei einer extrem hohen Geschwindigkeit durchzuführen, da das Verwebungsphänomen des Elektrolyten verursacht wird, wenn die Ausfällungsgeschwindigkeit zu hoch ist. Der so verwobene bzw. verflochtene Elektrolyt wird bei der allgemeinen Plattierung expandiert in der Form, wie er bei der thermischen Behandlung unter Vakuum oder atmosphärischem Druck (350 bis 400°C) nach der Filmbildung schäumt und erzeugt kugelförmige Blasen in dem Verbindungsfilm, wodurch, wie in Fig. 2b gemäß dem Vergleichsbeispiel gezeigt, Poren entstehen. Da die thermische Behandlung erfindungsgemäß bei hohem Druck durchgeführt wird, kann ein Teil des verwobenen Elektrolyten ohne Erzeugung von Blasen dispergiert werden (Fig. 2c).

Gemäß CVD können die feineren Körner mit relativ gleichmäßiger Korngröße ausgefällt werden. Bei CVD ist das Gas aus Kohlenwasserstoff und Wasser, welches infolge der thermischen Zersetzung von  $\text{Cu}(\text{hfac})_2$  (Kupferhexafluoroacetylacetonit (das als Quelle verwendet wird)) oder das Trägergas Ar verwoben, aber die dadurch verursachte Erzeugung von Poren kann erfindungsgemäß unterdrückt werden.

Es ist bekannt, daß das Diffusionsphänomen der Atome des Verbindungsfilms einen großen Einfluß insbesondere auf das Kristallkornwachstum besitzt. Erfindungsgemäß wurde gefunden, daß das Kristallkornwachstum ohne Porenbildung bei einem hohen Druck bei Bildung des Kupferverbindungsfilms durch Plattieren bei einer geringeren Temperatur als bei der Bildung durch allgemeines PVD bei gleichem Druck fortschreitet. Als Ergebnis der Untersuchung von Gefügen und Zusammensetzungen der beiden wurde ferner gefunden, daß der durch Plattieren gebildete Kupferverbindungsfilm nicht nur eine geringe Kristallkorngröße besitzt, sondern auch 2 bis 5 Gew.-% Wasserstoff enthält und das Vorhandensein von Wasserstoff das Diffusionsphänomen der Kupferatome fördert, was zu einem Kristallkornwachstum bei einer niedrigen Temperatur führt. Auf dieser Grundlage wurde die Zugabe von Wasserstoff zu dem durch PVD gebildeten Kupferverbindungsfilm versucht. Folglich wurde bestätigt, daß das Kristallkornwachstum und die Füllung bei einer geringen Temperatur von 300 bis 350°C selbst bei einem Druck von etwa 100 MPa durchgeführt werden kann. Zur Zugabe von Wasserstoff wurde ein Wasserstoffofen (Temperatur: 100 bis 300°C) bei im wesentlichen atmosphärischem Druck verwendet, aber weitere Verfahren wie Injektion von Wasserstoffionen, Behandlung in Wasserstoffplasmaatmosphäre und bei druckreduzierter Atmosphäre oder dergleichen können ohne Einschränkung verwendet werden, wenn die Zugabe von Wasserstoff möglich ist. Jedoch ist bei Kombination mit einem organischen Isolierfilm mit geringer dielektrischer Konstante ein Verfahren empfehlenswert, bei dem Wasserstoff bei der geringstmöglichen Temperatur zugegeben werden kann, da der organische Isolierfilm selbst die thermische Zersetzungsreaktion durch Wasserstoffzugabe verursacht, wenn die Temperatur auf 300°C oder mehr erhöht wird.

Wenn die Öffnungsteile des Lochs oder der Nut nicht perfekt blockiert sind, wird andererseits lediglich das Diffusionsphänomen zur Füllung des Lochs oder der Nut mit dem Material des Kupferverbindungsfilms eingesetzt. In diesem Fall wird der Füllzustand der Formhöhlung durch das Diffusionsphänomen gemäß der Art der auf dem unteren Teil vorgesehenen Sperrschicht oder durch die Art der Anhaftung der Impfschicht geändert und die Struktur, die insbesondere in einem derartigen Zustand aufgebracht werden kann, wird als doppelte Damascen-Struktur bezeichnet, wobei Löcher an einigen Stellen des unteren Teils der Nut gebildet werden. Beispiele der doppelten Damascen-Struktur sind typischerweise in Fig. 3 gezeigt.

Gemäß einem Beispiel der sogenannten Damascen-Struktur in Fig. 3 haftet eine Sperrschicht 2B an der inneren Oberfläche eines Lochteils 2A und eines Nutteils 2C, eine feine und genaue Kupferimpfschicht 2D wird durch CVD gebildet, wobei Kupfer durch Plattierung nach weiterer Ausfällung von relativ feinen Kupferkristallkörnern mittels CVD fest anhaftet. In einem weiteren Beispiel der Damascen-Struktur gemäß Fig. 3 haftet die Sperrschicht 2B an den inneren Oberflächen des Lochteils 2A und des Nutteils 2C und feine Kupferkörner werden bei einer geringen Temperatur mit PVD ausgefällt. In beiden Fällen wird eine Pore 3A leicht unterhalb des Teils gebildet, an dem das Lochteil 2A in eine Nut 2C übergeführt wird und eine nach oben geöffnete Nut 3B bleibt unverändert bestehen.

Wenn der gesamte Körper des Substrats 1 mit dem Kupferverbindungsfilm 3 in einem derartigen Zustand bei atmosphärischem Druck (Vergleichsbeispiel) erhitzt wird (350 bis 450°C), wachsen feine Kristallkörner. Zu diesem Zeitpunkt haftet der Teil A mit geringem Platz und bindet unter Erzeugung einer Formhöhlung 4B darunter. Die Pore 3A in dem unteren Teil verbleibt unverändert oder in Form einer leicht größeren Pore 4C (unter Bezugnahme auf Fig. 3b).

Wenn die thermische Behandlung (350 bis 450°C) andererseits in einer Atmosphäre mit hoher Temperatur und hohem Druck durchgeführt wird, werden die in dem Lochteil verbliebenen Poren zerquetscht und durch Wachstum der Kristallkörner und durch den Druck entfernt, da sich die Poren in geschlossenem Zustand befinden. In der oberen Nut 3B wachsen die Körner in Form von großen Kristallkörnern, die kleine Kristallkörner absorbieren. Zu diesem Zeitpunkt treffen auf die dem Gas mit hohem Druck ausgesetzte Oberfläche der Kristallkörner in starkem Maße unter hohem Druck stehende Gasatome des Druckmediums auf und folglich wird die Oberflächendiffusion um das 30- bis 50fache gefördert und die Körner verbinden sich unter Minimierung der Oberfläche. Folglich wird der nach oben geöffnete Teil schließlich nach oben gedrückt und geglättet. So werden die kleineren Poren zerquetscht und die obere Öffnung durch das sogenannte Hochdruck-Rückfluß-Phänomen infolge der Förderung des Oberflächendifusionsphänomens geglättet und wieder zu einem porenfreien Verbindungsfilm rückgebildet. Wie aus Fig. 3c ersichtlich ist, werden die abschließenden Kristallkörner durch Förderung des Diffusionsphänomens bei hohem Druck erfindungsgemäß groß und der elektrische Widerstand wird minimiert, so daß ein zufriedenstellendes Gefüge als Verbindungsfilm verwirklicht werden kann.

Die verbliebenen Poren können durch thermische Behandlung in einer Gasatmosphäre unter hohem Druck nach der thermischen Behandlung bei atmosphärischem Druck reduziert werden. In diesem Fall wurden die Kristallkörner aus Kupfer, die das Verbindungsmaterial darstellen, bereits gröber und die Poren liegen oft in einem Zustand vor, in dem sie in einen gröberen Einkristall aufgenommen sind. Zur Beseitigung derartiger Poren ist es erforderlich, den Druck auf Hochdruck von 150 MPa oder mehr einzustellen, wie es vorstehend beschrieben wurde, oder ferner die Temperatur zu

erhöhen. Ein derartiger Hochdruck erfordert eine Anlage mit großem Maßstab und eine derartige Temperaturerhöhung verursacht die Verschlechterung des Isolierfilmmaterials, das auf einem ULSI gebildet ist. Daher ist die praktische Einsetzbarkeit schwierig. In den letzten Jahren war insbesondere der Spannungsabfall eines Signals durch Erhöhung des elektrischen Widerstands der Leitungsdrähte und der Anstieg der Flußkapazität des Isolierfilms problematisch und man  
 5 verwand zunehmend Bemühungen auf einen Isolierfilm mit geringer dielektrischer Konstante. Da die Wärmebeständigkeit vieler derartiger Isolierfilme mit geringer dielektrischer Konstante mit etwa 400°C gering ist, ist die Behandlung bei der geringstmöglichen Temperatur gewünscht und die Behandlung bei hoher Temperatur ist fraglich.

Ferner verursacht die Ausführung zweier thermischer Behandlungen bei Atmosphärendruck und hohem Druck natürlich einen Anstieg der Verfahrensschritte und der Herstellungskosten und vorzugsweise wird die Anzahl der Verfahrensschritte hinsichtlich der Anwendung auf die industrielle Produktion reduziert.

Bei Anwendung der Erfindung ist ferner das Material oder das Bildungsverfahren der Sperrschicht und eine ferner darauf aufgebrachte Impfschicht 2D beim Plattieren extrem wichtig. Insbesondere hat die Affinität zu Kupfer einen großen Einfluß auf die Verringerung des Widerstands gegenüber plastischer Verformung bei der Druckfüllung oder auf die Förderung der Wanderung (Migration) von Kupferatomen zu den unten liegenden Teilen des Lochteils 2A und des Nutteils  
 15 2C durch Diffusion. Idealerweise sind solche Materialien, die nicht mit Kupfer reagieren können und eine hohe Affinität zu Kupfer aufweisen bevorzugt, aber tatsächlich können geeignete Materialien nicht leicht herausgefunden werden. Von derartigen Materialien sind insbesondere TiN, TaN und NbN empfohlen. Da beim Plattieren vorzugsweise die Kupferphase einschließlich des inneren Teils des Lochs oder der Nut schließlich in Richtung (111) zur Substratoberfläche in Bezug auf die Impfschicht ausgerichtet ist, ist hinsichtlich der Reduktion des elektrischen Widerstands und der Beständigkeit gegenüber Elektromigration die Verwendung von Sputtern empfohlen, das die Bildung einer derartig selektiv orientierten Impfschicht erleichtert.

Wenn die Verwebung des Elektrolyten beim Plattieren beträchtlich wird, kann eine thermische Behandlung in einer Gasatmosphäre unter hohem Druck nach Durchführung einer Trocknungsbehandlung unter Vakuum oder atmosphärischem Druck bei einer Temperatur von 150°C oder weniger zweckmäßig sein, wobei das Kristallkornwachstum nach  
 25 dem Plattieren nicht so stark auftritt und wenigstens die Feuchtigkeit verdampft werden kann.

Als Bildungsverfahren für die Sperrschicht sind PVD, bspw. Sputtern und CVD unter Einsatz einer chemischen Reaktion bekannt. Wenn der Lochdurchmesser mit 0,2 µm oder weniger gering ist, ist CVD zur gleichmäßigen Bildung der gesamten Fläche einschließlich der Seitenwand des Lochs mit einer notwendigen und ausreichenden Dicke vorteilhaft. In diesem Fall ist es jedoch nötig, die Ausfällungsgeschwindigkeit durch Verdünnen eines Ausgangsmaterials bilden-  
 30 den Gases zu steuern, bspw.  $\text{TiCl}_4 + \text{NH}_3$  oder  $\text{N}_2$  mit einem sogenannten Trägergas wie Ar. Es besteht die Befürchtung, daß ein Ablösen verursacht wird, wenn die Haftung der Sperrschicht an der Isolierschicht unzureichend ist und das Extrusionsphänomen beim Füllen des Kupfer-Verbindungsfilms durch das Hochdruckgas in dem Nachbehandlungsverfahren vorherrscht. Die unzureichende Haftung wird durch HCl verursacht, das durch thermische Zersetzung erzeugt wird und in den Sperrfilm oder den größeren Film aufgenommen wird. In einem solchen Fall kann die Verbesserung der  
 35 Dichte des Sperrfilms selbst und die Verbesserung der Haftung an dem Isolierfilm durch eine Druckbehandlung mit einem Hochdruckgas bei einer hohen Temperatur vor der Bildung des Kupfer-Verbindungsfilms verwirklicht werden. Die gleiche Temperatur wie in der Hochdruckbehandlung des Kupfer-Verbindungsfilms in dem Nachbehandlungsverfahren ist für diese Behandlung ausreichend.

Die folgenden sind typische Bedingungen der thermischen Behandlung in einer Gasatmosphäre unter hohem Druck und in dem atmosphärischen Gas wie es vorstehend erläutert wurde.

Als eingesetztes Gas ist ein Inertgas wie Ar oder Stickstoff oder ein Mischgas aus diesen empfohlen. Im Grunde kann jedes Gas ohne besondere Einschränkung verwendet werden, wenn es eine nichtoxidierende Atmosphäre oder eine solche, die die Qualität des Si-Substrats oder des Materials für den Verbindungsfilm nicht ändert, bilden kann. Je höher der Druck ist, um so wirksamer ist die Füllwirkungsweise und die Förderung der Oberflächendiffusion. Jedoch ist ein  
 45 vorstehend beschriebener höherer Druck hinsichtlich der Ökonomie nicht bevorzugt, da die Vorrichtung komplizierter oder teurer wird und die Menge des eingesetzten Gases größer wird. Der erfindungsgemäße Effekt kann mit einem Druck von 30 MPa oder mehr auftreten. Hinsichtlich des Vorrichtungspreises ist ein Druck von 200 MPa oder weniger und vorzugsweise von 120 MPa oder weniger empfohlen. Obwohl die Temperatur der thermischen Behandlung vom Druck abhängt und die Wirkung selbst bei einer geringen Temperatur bereitgestellt werden kann, wenn der Druck erhöht wird, ist eine  
 50 Temperatur von 350 bis 470°C innerhalb des vorstehenden Druckbereichs und 300 bis 380°C in Kombination mit der Wasserstoffzugabe empfohlen.

#### Beispiele

Einige Beispiele der Erfindung werden im Vergleich mit einigen Vergleichsbeispielen unter Bezugnahme auf Tabelle 1 beschrieben.

Die Tabelle 1 zeigt die Ergebnisse von Untersuchungen bei der Herstellung eines Verbindungsfilms durch Bildung des Verbindungsfilms auf einem Kontaktloch oder einer Verbindungsnut mit Damascen, das auf einem Si-Wafer mit 200 mm Durchmesser unter Verwendung von Cu und einer Cu-Legierung als Material des Verbindungsfilms gebildet wurde und  
 60 danach wurde eine Druckfüllbehandlung unter Verwendung einer Gasatmosphäre unter hohem Druck durchgeführt. In der Tabelle zeigt LV (Längenverhältnis) das Verhältnis von Tiefe zu Durchmesser des Kontaktlochs. Bei den Bemerkungen in der Spalte der Füllergebnisse zeigt ⊙, daß die Kontaktlöcher perfekt mit dem Material des Verbindungsfilms ohne Zurückbleiben von Poren gefüllt waren, x zeigt, daß die Poren verblieben und Δ zeigt, daß ein Teil der Kontaktlöcher überhaupt nicht gefüllt war oder die Füllung nicht perfekt für ein spezielles Kontaktloch durchgeführt wurde und  
 65 Poren in dessen inneren Teil verblieben, so daß dieser Zustand für die Herstellung im Hinblick auf die Zuverlässigkeit nicht verwendbar war.

Die Elektroplattierung und Plasma-CVD (Ar-Träger) unter Verwendung von  $\text{Cu}(\text{hfac})_2$  als Quelle wurden für die Filmbildung verwendet und die Kombination beider wurde für einen Teil der Filmbildung eingesetzt. Als Gas in der

Druckfüllung wurde Argon und Stickstoff (Beispiel 5), das bei dieser Art von Behandlung eingesetzt wurde, verwendet. Als Vorrichtung wurde eine isotrope Heißpressvorrichtung (HIP) mit einem Höchstdruck von 200 MPa und einer höchsten Behandlungstemperatur von 1.000°C verwendet.

In Beispiel 1 und Vergleichsbeispiel 1-A bis 1-C wurde eine TiN-Sperrschicht in der Größenordnung von 5 bis 10 nm auf einem Si-Wafer mit einem Kontaktloch mit einem Durchmesser von 0,25 µm und einem LV = 4 darauf gebildet. Ein reiner Kupfer-Verbindungsfilm wurde mit einer Dicke von 0,9 µm durch Elektroplattierung gebildet und dann thermisch behandelt. Der Korndurchmesser des Kupfer-Verbindungsfilms war weniger als 0,1 µm und das Gefüge zeigte insbesondere eine Vielzahl von feinen Körnern mit 20 bis 30 µm. Der Druck bei der thermischen Behandlung wurde auf 100 MPa durch Argon in Beispiel 1, auf Atmosphärendruck in Vergleichsbeispiel 1-A und 1-B und auf eine Ar-Gasatmosphäre unter Hochdruck (Druck: 170 MPa) nach der thermischen Behandlung mit Atmosphärendruck in Vergleichsbeispiel 1-C eingestellt. In Vergleichsbeispiel 1-B wurde der Zeitraum der thermischen Behandlung unter Atmosphärendruck auf 60 Minuten (1 Std.) ausgedehnt, um das Wachstum der Kristallkörner zu fördern. In Beispiel 1 konnten die Löcher mit Cu ohne Erzeugung von Poren gefüllt werden. Das Kupfergefüge in dem druckgefüllten Loch und das Gefüge des Films auf der Oberfläche besteht aus einer Gesamtheit von Kristallen mit Korngrößen von 0,5 bis 2 µm oder einem Polykristall. Folglich war der elektrische Widerstand leicht erhöht. In den Vergleichsbeispielen 1-A und 1-B lagen Gefüge vor, wie sie in Fig. 1(b) gezeigt sind. Die Poren waren hauptsächlich in der Nähe des unteren Teils in den meisten Löchern enthalten, obwohl die Kristallkorngröße des Vergleichsbeispiels 1-B leicht größer war als die von Vergleichsbeispiel 1-A. In Vergleichsbeispiel 1-C, in dem der Verbindungsfilm mit dem gleichen Gefüge wie in Vergleichsbeispiel 1-A der Druckfüllbehandlung in einer Gasatmosphäre unter hohem Druck ausgesetzt wurde, war die Befüllung der Löcher trotz eines relativ hohen Drucks von 170 MPa unzureichend, obwohl die Löcher teilweise gefüllt waren.

In Vergleichsbeispiel 1-D war die Stromdichte beim Plattieren reduziert und es wuchsen große Kristallkörner (mittlere Korngröße: 0,15 µm oder mehr) während eines langen Zeitraums gefolgt vom Glühen (Tempern) bei 100 MPa und 400°C. In diesem Fall wurde die Erzeugung von großen Kristallkörnern in der Nähe des Locheinlasses in einigen Löchern zum Zeitpunkt des Plattierendes beobachtet und folglich konnte eine ausreichende Befüllung selbst durch Glühen unter Hochdruck nicht erreicht werden.

Beispiel 2 und Vergleichsbeispiel 2 zeigen die Anwendung auf eine Nut mit einer Breite von 0,25 µm und einer Tiefe von 0,25 µm. In Beispiel 2, in dem die thermische Behandlung in einer Gasatmosphäre unter Hochdruck nach der Filmbildung durchgeführt wurde, war der Nutteil mit Kupfer durch den sogenannten Hochdruckrückfluß perfekt gefüllt und die Ebenheit der Oberfläche war extrem zufriedenstellend. In Vergleichsbeispiel 2, in dem die thermische Behandlung unter Atmosphärendruck durchgeführt wurde, verbreiterte sich die nach oben gerichtete Öffnung und 30% der Nuten waren unvollständig gefüllt.

Beispiel 3 und Vergleichsbeispiel 3 zeigen Anwendungen auf ein Kontaktloch und eine Verbindungsnut durch eine Verbindungsmaßnahme mit der sogenannten doppelten Damascen-Struktur. In diesem Fall betrug der Lochdurchmesser des in dem unteren Teil der Nut gebildeten Kontaktlochs 0,25 µm und die Tiefe des Lochteils betrug 0,7 µm. Der Kupfer-Verbindungsfilm wurde mit einem Zweischritt-Filmbildungsverfahren aufgebracht oder durch Bildung einer feinen Kupferschicht auf den unteren Teilen des Lochs und der Nut mittels CVD (wodurch die Filmbildungsgeschwindigkeit nach Bildung der Impfschicht weiter erhöht wurde) und anschließende Bildung des Verbindungsfilms durch Elektroplattierung mit leicht größerer Dicke (2 µm).

In Beispiel 3 wurde bestätigt, daß das Füllverfahren selbst bei einer derartig komplizierten Struktur zufriedenstellend war. In Vergleichsbeispiel 3 verblieb ein Teil der Kontaktlöcher in überhaupt nicht gefülltem Zustand.

In Beispiel 4 und Vergleichsbeispiel 4 wurde die Filmbildung mit CVD auf ein tiefes Loch mit einem Lochdurchmesser von 0,15 µm und einer Tiefe von 1 µm angewandt und die thermische Behandlung wurde in einer Gasatmosphäre unter Hochdruck und bei Atmosphärendruck durchgeführt. In Beispiel 4 waren die Kontaktlöcher perfekt gefüllt, während die Befüllung in Vergleichsbeispiel 4 nicht erreicht werden konnte.

In Beispiel 5 und Vergleichsbeispiel 5, in denen die Erfindung auf eine feine Verbindungsfilmstruktur mit doppelter Damascen-Struktur mit einem Kontaktloch von 0,15 µm Durchmesser und einer Nutbreite von 0,25 µm angewandt wurde, wurde die thermische Behandlung in einer N<sub>2</sub>-Gasatmosphäre unter Hochdruck von 100 MPa gemäß dem Beispiel 5 und unter Atmosphärendruck gemäß dem Vergleichsbeispiel 5 durchgeführt, nachdem der Kupfer-Verbindungsfilm durch Plattieren gebildet wurde. Für derartig feine Löcher wurde gemäß dem erfindungsgemäßen Beispiel 5 eine im wesentlichen perfekte Befüllung realisiert während die Befüllung gemäß Vergleichsbeispiel 5 kaum erreicht wurde.

In Beispiel 6 und Vergleichsbeispiel 6 wurde ein etwa 1 Gew.-% Sn enthaltender Film auf einem Substrat gebildet, das Durchrittslöcher mit einem Porendurchmesser von 0,18 µm aufwies, indem die Kombination von Kupferplattierung und Zinnplattierung angewandt wurde und dann wurde dieser bei 250°C in einer Gasatmosphäre unter hohem Druck und bei Atmosphärendruck gegläht. Der elektrische Widerstand war in beiden Beispielen leicht erhöht, da ein Legierungsfilm mit dieser thermischen Behandlung gebildet wurde. Die Befüllung war im Vergleichsbeispiel 6 unzureichend, in dem das Glühen unter Atmosphärendruck durchgeführt wurde, gegenüber der perfekten Befüllung in Beispiel 6 der Erfindung.

Durch Anwendung der Erfindung wurde in Beispiel 1 durch die perfekte Befüllung, die sich über die gesamte vordere Oberfläche des Substrats erstreckte, eine Ausbeute von 95% oder mehr sichergestellt. Im Vergleich zu einer Ausbeute von weniger als 40% in Vergleichsbeispiel 1-A und etwa 50% in Vergleichsbeispiel 1-B wurde bewiesen, daß eine hohe Ausbeute erfindungsgemäß verwirklicht werden kann. Dies zeigt, daß die Erfindung eine äußerst vielversprechende Technik hinsichtlich der Qualitätssicherung in Kombination mit einer beträchtlichen Kostenverringerung bei der industriellen Produktion darstellt.

Ferner werden einige weitere erfindungsgemäßen Beispiele im Vergleich zu einigen weiteren Vergleichsbeispielen unter Bezugnahme auf Tabelle 2 beschrieben.

Die Tabelle 2 zeigt die Ergebnisse von Untersuchungen bei der Herstellung eines Verbindungsfilms durch Bilden des Verbindungsfilms auf einem Kontaktloch oder einer Verbindungsnut mit dem auf einem Si-Wafer mit einem Durchmesser von 200 mm gebildeten Damascen unter Verwendung von Cu oder einer Cu-Legierung als Material des Verbindungsfilms und danach wurde eine Pressfüllbehandlung unter Verwendung einer Gasatmosphäre mit Hochdruck durchgeführt.



In der Tabelle zeigt LV (Längenverhältnis) das Verhältnis von Tiefe zu Lochdurchmesser des Kontaktlochs. Bei den Bemerkungen in der Spalte der Füllungsergebnisse zeigt  $\odot$ , daß die Kontaktlöcher perfekt mit dem Material des Verbindungsfilms gefüllt waren ohne Poren zu hinterlassen, X zeigt, daß Poren verblieben und  $\Delta$  zeigt, daß ein Teil der Kontaktlöcher überhaupt nicht gefüllt war oder die Befüllung eines speziellen Kontaktlochs nicht perfekt durchgeführt wurde, wobei Poren in dessen inneren Teil verblieben, so daß dieser Zustand für die Herstellung im Hinblick auf die Zuverlässigkeit nicht verwendbar ist.

Es wurde ein Sputtersystem für die Befüllung verwendet und als Druckfüllbehandlungsvorrichtung wurde ein HIP-System mit einem Höchstdruck von 200 MPa und einer höchsten Behandlungstemperatur von 1.000°C eingesetzt. Als Gas bei der Druckfüllung wurde im allgemeinen Argon in dieser Art von Behandlungen eingesetzt. Die Wasserstoffzugabebehandlung nach der Abscheidung des Sputterfilms wurde durchgeführt, indem man den Wafer in einer reinen Wasserstoffatmosphäre 5 Stunden lang bei 1 atm und 100°C stehen ließ. Die Wasserstoffmenge betrug etwa 4 Gew.-%.

In Beispiel 7 und Vergleichsbeispielen 7-A bis 7-D wurde eine TiN-Sperrschicht auf einen Si-Wafer aufgebracht, der ein Kontaktloch mit einem Durchmesser von 0,25  $\mu\text{m}$  und einem LV = 4 aufwies, wobei die Schicht in der Größenordnung von 5 bis 10 nm auf dem Seitenwandteil des Lochs gebildet wurde und ein Kupfer-Verbindungsfilm wurde mit einer Dicke von etwa 1  $\mu\text{m}$  durch ein Sputterverfahren gefolgt von der Behandlung gebildet. Der Korndurchmesser des Kupfer-Verbindungsfilms betrug 0,1  $\mu\text{m}$  oder weniger und das Gefüge wies insbesondere eine Vielzahl von feinen Körnern von 20 bis 30 nm oder weniger auf. Der Druck bei der thermischen Behandlung wurde auf 100 MPa durch Argon in Beispiel 1 und auf 100 oder 200 MPa in den Vergleichsbeispielen 7-A bis 7-B eingestellt. In Beispiel 7 konnten die Löcher mit Cu ohne Erzeugung von Poren gefüllt werden. Das Gefüge des kupferbefüllten Loches und das Gefüge des Films auf der Oberfläche war im wesentlichen im monokristallinen Zustand, wenn es um den Teil des Lochs herum beobachtet wurde, wo die Korngröße auf 1 bis 3  $\mu\text{m}$  angewachsen war. Folglich war der elektrische Widerstandswert leicht erhöht. In Vergleichsbeispiel 7-A, in dem lediglich die Filmabscheidungstemperatur beim Sputtern höher als in Beispiel 7 eingestellt wurde, war die Kristallkorngröße des Kupfer-Verbindungsfilms nach der Filmabscheidung durch Sputtern beträchtlich bis auf 0,3 bis 0,7  $\mu\text{m}$  angewachsen und in dem unteren Teil war kein Loch gefüllt, selbst wenn eine Hochdruckbehandlung bei den gleichen Bedingungen wie in Beispiel 1 durchgeführt wurde.

In Vergleichsbeispiel 7-B, in dem die gleiche Probe wie in Vergleichsbeispiel 7-A verwendet wurde und sowohl die Temperatur als auch der Druck bei der Hochdruckbehandlung erhöht wurden, konnte die perfekte Befüllung selbst bei der Bedingung von 200 MPa und 425°C nicht erreicht werden, da die Kupferkristallkörner bereits angewachsen waren. In Vergleichsbeispiel 7-C wurde die gleiche Probe wie in Vergleichsbeispiel 7-B verwendet und die Haltezeit wurde auf 60 Minuten bei dem gleichen Druck und der gleichen Temperatur in der Hochdruckbehandlung ausgedehnt. Die Befüllung war unvollständig, unabhängig davon, ob der Zeitraum zur ausreichenden Förderung der Diffusion ausgedehnt wurde oder nicht. In Vergleichsbeispiel 7-D wurde die thermische Behandlung nicht unter Hochdruck, sondern unter Atmosphärendruck bei der gleichen Temperatur und für die gleiche Zeit durchgeführt, nachdem der Kupfer-Verbindungsfilm durch Sputtern bei Raumtemperatur auf gleiche Weise wie in Beispiel 7 gebildet wurde. Die Befüllung der Löcher wurde nicht erreicht, obwohl die Kristallkorngröße des Kupfer-Verbindungsfilms nach dieser thermischen Behandlung auf 0,3 bis 1  $\mu\text{m}$  angewachsen war.

Beispiel 8 und Vergleichsbeispiel 8 zeigen Anwendungen auf ein Kontaktloch und eine Verbindungsnut durch eine Verbindungsmaßnahme mit der sogenannten doppelten Damascen-Struktur. Der Lochdurchmesser des Kontaktlochs, das auf der unteren Oberfläche der Nut gebildet wurde, betrug 0,25  $\mu\text{m}$  und die Tiefe betrug 0,5  $\mu\text{m}$ . Der Kupfer-Verbindungsfilm wurde leicht dicker (2  $\mu\text{m}$ ) durch Sputtern bei Raumtemperatur gebildet.

In Beispiel 8 wurde bestätigt, daß selbst eine derartig komplizierte Struktur gefüllt werden konnte. In Vergleichsbeispiel 8 verblieb ein Teil der Kontaktlöcher in überhaupt nicht gefülltem Zustand.

In Beispiel 9 und Vergleichsbeispielen 9-A und 9-B wurde eine TiN-Sperrschicht mit CVD auf einem tiefen Loch mit einem Lochdurchmesser von 0,15  $\mu\text{m}$  und einer Tiefe von 1  $\mu\text{m}$  gebildet, eine Hochdruckbehandlung mit 350°C und 100 MPa wurde durchgeführt und danach wurde ein Kupfer-Verbindungsfilm mit einer Dicke von etwa 0,9  $\mu\text{m}$  durch Sputtern gebildet und thermisch in einer Gasatmosphäre unter Hochdruck und unter Atmosphärendruck behandelt. Die Temperatur beim Sputtern wurde auf 300°C in Vergleichsbeispiel 9-A und auf Raumtemperatur in Vergleichsbeispiel 9-B eingestellt, wobei keine Hochdruckbehandlung nach der Bildung der TiN-Sperrschicht durchgeführt wurde. In Beispiel 9 waren die Kontaktlöcher perfekt gefüllt und die TiN-Sperrschicht haftete fest an der Isolierschicht und die Sperrigenschaften des Sperrmaterials nach der Filmbildung waren hervorragend. Andererseits konnte die Befüllung selbst in Vergleichsbeispiel 9-A nicht erreicht werden. Ferner wurde in Vergleichsbeispiel 9-B die Befüllung erreicht, aber das Problem des Ablösens des Verbindungsfilms in dem Teil der Sperrschicht wurde in einer Probe mit einem Abtastelektromikroskop (SEM) beobachtet. Es zeigte sich, daß der Sperrfilm sich beim Füllen durch die Hochdruckbehandlung ablöste oder beschädigt wurde und die Sperrigenschaften schlecht waren.

In Beispiel 10 und Vergleichsbeispiel 10 wurde die Wirkung der Wasserstoffzugabe gemäß der Erfindung zu einer feinen Verbindungsfilmstruktur mit der doppelten Damascen-Struktur mit einem Kontaktloch mit 0,15  $\mu\text{m}$  Durchmesser und einer Nutbreite von 0,4  $\mu\text{m}$  im Vergleich untersucht. In Beispiel 10, in dem die Wasserstoffzugabe durchgeführt wurde, wurde bestätigt, daß die Befüllung und das Kristallkornwachstum bei 100 MPa und einer geringen Temperatur von 300°C durchgeführt werden konnten. Andererseits konnte ohne Zugabe von Wasserstoff lediglich etwa die halbe Anzahl bei der gleichen Temperatur- und der gleichen Druckbedingung wie in Beispiel 10 gefüllt werden.

Aus den vorstehenden Untersuchungen wurde vollständig klar, daß die ausreichende Befüllung des Lochs oder der Nut mit einem Kupfer-Verbindungsfilm durch eine Gasbehandlung bei Hochdruck in großem Maße abhängt von der Größe der den Kupfer-Verbindungsfilm bildenden Kristallkörner nach Sputtern gegenüber dem Durchmesser des Lochs und daß die Gegenwart von Wasserstoff in dem Kupfer-Verbindungsfilm einen beträchtlichen Einfluß besitzt. Es wurde nämlich bestätigt, daß es im wesentlichen wichtig ist, zunächst die Temperatur des Halbleitersubstrats in dem Sputterverfahren als Sputterbedingung gering zu halten, um die Kristallkörner, die den Kupferverbindungsfilm bilden, unmittelbar nach der Filmabscheidung so fein wie möglich zu machen und es ist ferner wichtig, dem Kupfer-Verbindungsfilm Wasserstoff zuzugeben, um die Befüllung oder das Kristallkornwachstum zu fördern und die Behandlung bei einer ge-



ringeren Temperatur und einem geringeren Druck durchzuführen.

Durch Ausüben der Erfindung wurde gemäß Beispiel 7 durch die perfekte Befüllung, die sich über die gesamte Substratoberfläche erstreckte, eine Ausbeute von 95% oder mehr sichergestellt. Im Vergleich zu den Ausbeuten von weniger als 40% in den Vergleichsbeispielen 7-A und 7-B und etwa 50% in Vergleichsbeispiel 7-C wurde bewiesen, daß eine hohe Ausbeute erfindungsgemäß verwirklicht werden konnte. Dies zeigt, daß die Erfindung eine äußerst nützliche Technik im Hinblick auf die Qualitätssicherung in Kombination mit einer beträchtlichen Kostenreduktion bei der industriellen Produktion darstellt.

Erfindungsgemäß wurde bestätigt, wie es vorstehend beschrieben wurde, daß ein geringerer elektrischer Widerstand eines Verbindungsfilms, der ein ernsthaftes Problem bei der Herstellung eines ULSI-Halbleiters darstellt, dessen Verfeinerung und Vielschichtigkeit in Zukunft verstärkt vorangetrieben wird, gemäß der Erfindung erreicht werden kann und die Herstellung eines Verbindungsfilm einer Kupferlegierung, der zunehmend Aufmerksamkeit erregt, insbesondere hinsichtlich des geringeren elektrischen Widerstands und der EM-Beständigkeit entweder mit Plattierung, CVD oder PVD in Kombination mit einer Druckfülltechnik mit Gasdruck geschaffen werden kann, so daß die Ausbeuteverbesserung, die die Druckfüllbehandlung natürlicherweise mit sich bringt, ausgenützt werden kann. Bei der Herstellung des Verbindungsfilms mit einer Plattierungsvorrichtung zur Bildung eines Kupfer-Verbindungsfilms, deren Verbreitung in der Zukunft vorausgesagt wird, kann ein ULSI mit einem Verbindungsfilm einschließlich feinerer Löcher oder Nuten mit hoher Zuverlässigkeit und hoher Ausbeute verwirklicht werden und die Anwendung auf die industrielle Produktion kann stark vereinfacht und die Behandlungskosten verringert werden. So ist der Beitrag der Erfindung auf die zukünftige Entwicklung in der ULSI-Industrie in der Tat groß.

Tabelle 1

	Dimension d. Lochs oder d. Nut				Filmbildungsbedingungen			Film-material	Bedingungen bei der Hochdruckbehandlung			Behandlungsergebnis	gespeicherter natürlicher Widerstand ( $\mu \Omega \text{cm}$ )	Bemerkungen
	Lochdurchmesser ( $\mu\text{m}$ )	Nutbreite ( $\mu\text{m}$ )	Gesamtbreite ( $\mu\text{m}$ )	LV	Frequenz	Filmbildungsverfahren	Filmdicke (nm)		Druck (MPa)	Temperatur ( $^{\circ}\text{C}$ )	Zeit (min.)			
Bsp. 1	0,25	keine	1	4	1	Elektroplattierung	0,9	Cu(99,99%)	100	400	5	⊙	-1,8	1)
Bsp. 2	keiner	0,25	0,25	1	1	Elektroplattierung	0,6	Cu(99,99%)	100	450	5	⊙	-1,8	
Bsp. 3	0,25	0,4	0,7	2,8	2	CVD (Lochteil) Elektroplattierung (Nut)	1,5	Cu(99,99%)	70 (N <sub>2</sub> )	380	5	⊙	-1,8 -1,8	
Bsp. 4	0,15	keine	1	6,7	1	CVD	1	Cu(99,99%)	100 (N <sub>2</sub> )	350	5	⊙	-1,9	
Bsp. 5	0,15	0,25	1	6,7	1	Elektroplattierung	1	Cu(99,99%)	100 (N <sub>2</sub> )	380	5	⊙	-1,8	
Bsp. 6	0,25	keine	1	4	1	Elektroplattierung	1	Cu-18Zn	100	250	15	⊙	-20	
Vgl.-Bsp. 1-A	0,25	keine	1	4	1	Elektroplattierung	0,9	Cu(99,99%)	atm. Druck	400	5	x		
Vgl.-Bsp. 1-B	0,25	keine	1	4	1	Elektroplattierung	0,9	Cu(99,99%)	atm. Druck	400	60	x		
Vgl.-Bsp. 1-C	0,25	keine	1	4	1	Elektroplattierung	0,9	Cu(99,99%)	atm. Druck 170	400 400	5 5	Δ	2,3	2)
Vgl.-Bsp. 1-D	0,25	keine	1	4	1	Elektroplattierung	0,9	Cu(99,100%)	atm. Druck	400	5	x		3)
Vgl.-Bsp. 2	keiner	0,25	0,25	1	1	Elektroplattierung	0,6	Cu(99,99%)	atm. Druck	450	5	x		
Vgl.-Bsp. 3	0,25	0,4	0,7	2,8	2	CVD (Lochteil) Elektroplattierung (Nut)	1,5	Cu(99,99%)	atm. Druck	380	5	x		
Vgl.-Bsp. 4	0,15	keine	1	6,7	1	CVD	1,5	Cu(99,99%)	atm. Druck	350	5	x		
Vgl.-Bsp. 5	0,15	0,25	1	6,7	1	Elektroplattierung	1	Cu(99,99%)	atm. Druck (N <sub>2</sub> )	380	5	x		
Vgl.-Bsp. 6	0,25	keine	1	4	1	Elektroplattierung	1	Cu-18Zn	atm. Druck	250	15	x		

1) Es wurde bestätigt, daß sich der Fulleffekt über die gesamte Substratoberfläche erstreckte. Ausbeute 95% oder mehr; Korngröße 1  $\mu\text{m}$  oder weniger

2) ausreichend gefüllter Zustand betrug etwa 50% ; 3) Korngröße nach Plattierung: 0,25  $\mu\text{m}$  oder weniger

Tabelle 2

	Dimension d. Lochs oder d. Nut				Filmbildungsbedingungen durch Sputtern			H <sub>2</sub> -Zugabe	Bedingungen bei der Hochdruckbehandlung			Behandlungsergebnis	gesperrter natürlicher Widerstand ( $\mu\Omega\text{cm}$ )	Bemerkungen
	Lochmesser ( $\mu\text{m}$ )	Nutbreite ( $\mu\text{m}$ )	Gesamtbreite ( $\mu\text{m}$ )	LV	Sperrschicht	Temperatur	Filmdicke (nm)		Druck (MPa)	Temperatur ( $^{\circ}\text{C}$ )	Zeit (min.)			
Bsp. 7	0,25	keine	1	4	TiN(CVD)	RT	0,9	keine	100	380	5	⊙	-1,8	1)
Bsp. 8	0,25	0,4	0,7	2,8	TiN(CVD)	RT	1,5	keine	100	380	5	⊙	-1,8	
Bsp. 9	0,15	keine	1	6,7	Hochdruckbehandlung nach TiN-Filmbildung	0 $^{\circ}\text{C}$	1	keine	200	350	5	⊙	-1,8	
Bsp. 10	0,18	keine	1,2	6,7	TaN(CVD)	0 $^{\circ}\text{C}$	1	Zugabe	100	300	5	⊙	-1,8	
Vgl. -	0,25	keine	1	4	TiN(CVD)	300 $^{\circ}\text{C}$	0,9	keine	100	380	5	x		
Bsp. 7-A	0,25	keine	1	4	TiN(CVD)	300 $^{\circ}\text{C}$	0,9	keine	200	425	5	x		
Bsp. 7-B	0,25	keine	1	4	TiN(CVD)	300 $^{\circ}\text{C}$	0,9	keine	200	425	60	Δ	2,3	2)
Vgl. -	0,25	keine	1	4	TiN(CVD)	RT	0,9	keine	atm. Druck	380	5	x		3)
Bsp. 7-C	0,25	keine	1	4	TiN(CVD)	RT	1,5	keine	atm. Druck	350	5	x		4)
Bsp. 7-D	0,25	0,4	0,7	2,8	TiN(CVD)	RT	1,5	keine	200	350	5	x		5)
Vgl. -	0,15	keine	1	6,7	TiN(CVD)	300 $^{\circ}\text{C}$	1,5	keine	200	350	5	x		6)
Bsp. 9-A	0,15	keine	1	6,7	TiN(CVD)	0 $^{\circ}\text{C}$	1,5	keine	200	350	5	x		
Vgl. -	0,15	keine	1	6,7	TiN(CVD)	0 $^{\circ}\text{C}$	1,5	keine	200	350	5	x		
Bsp. 9-B	0,18	keine	1,2	6,7	TaN(CVD)	0 $^{\circ}\text{C}$	1	keine	100	300	5	x		

1) Korngröße nach Sputtern: 0,1  $\mu\text{m}$  oder weniger; Kristallkorngröße nach Hochdruckbehandlung: 1 - 3  $\mu\text{m}$ ; Es wurde der Fülleffekt über der gesamten Substratoberfläche bestätigt; Ausbeute 95% oder mehr

2) ausreichend gefüllter Zustand war etwa 50%

3) Korngröße nach Sputtern: 0,1  $\mu\text{m}$  oder weniger; Kristallkorngröße nach atmosphärischem Glühen: 0,3 - 1  $\mu\text{m}$ ; Es wurde kein Fülleffekt beobachtet;

4) wie oben ;

5) Füllen war unmöglich

6) Es wurde das Ablösen des Sperrfilms beobachtet, obwohl das Füllen im wesentlichen perfekt war. Der Verbindungsfilm wurde von der Isolierschicht in dem Sperrschichtteil bei Bildung einer SEM-Beobachtungsprobe abgelöst. Ausreichend gefüllter Zustand war etwa 50%

## Patentansprüche

- Verfahren zur Bildung eines Verbindungsfilms durch Bedecken der Oberfläche des Isolierfilms eines den Isolier-

film aufweisenden Substrats, die ein darin gebildetes Loch oder eine Nut aufweist, mit einem metallischen Material aus Kupfer oder einer Kupferlegierung, wodurch der innere Teil des Lochs oder der Nut mit dem metallischen Material gefüllt wird, das die folgenden Schritte aufweist:

Ausfällen des metallischen Materials aus Kupfer oder der Kupferlegierung bestehend aus Kristallkörnern mittels Plattieren oder CVD in dem inneren Teil des Lochs oder der Nut und auf der Oberfläche einer Sperrschicht auf dem Isolierfilm oder einer auf der Sperrschicht gebildeten Impfschicht und anschließend Erhitzen des gesamten Substratkörpers in einer Gasatmosphäre unter Hochdruck zur Fortführung des Kristallkornwachstums der Kristallkörner in dem metallischen Material während die Erzeugung von Poren unterdrückt wird, wodurch die gesamte Substratoberfläche und der innere Teil des Lochs oder der Nut mit einem im wesentlichen porenfreien Film des metallischen Materials bedeckt werden.

2. Verfahren zur Bildung eines Verbindungsfilms durch Bedecken der Oberfläche des Isolierfilms eines den Isolierfilm aufweisenden Substrats, die ein darin gebildetes Loch oder eine Nut aufweist, mit einem metallischen Material aus Kupfer oder einer Kupferlegierung, wodurch der innere Teil des Lochs oder der Nut mit dem metallischen Material gefüllt wird, das die folgenden Schritte aufweist:

Ausfällung des metallischen Materials aus Kupfer oder der Kupferlegierung, das aus Kristallkörnern besteht, durch PVD in dem inneren Teil des Lochs oder der Nut und auf der Oberfläche einer Sperrschicht auf dem Isolierfilm oder einer auf der Sperrschicht gebildeten Impfschicht und anschließend Erhitzen des gesamten Substratkörpers in einer Gasatmosphäre unter Hochdruck zur Fortführung des Kristallkornwachstums der Kristallkörner in dem metallischen Material, wobei die Erzeugung von Poren unterdrückt wird, wodurch die gesamte Substratoberfläche und der innere Teil des Lochs oder der Nut mit einem im wesentlichen porenfreien Film des Metallmaterials bedeckt werden.

3. Verfahren zur Bildung eines Verbindungsfilms durch Bedecken der Oberfläche des Isolierfilms eines einen Isolierfilm aufweisenden Substrats, welche darin ein Loch oder eine Nut gebildet hat, mit einem metallischen Material aus Kupfer oder einer Kupferlegierung, wodurch der innere Teil des Lochs oder der Nut mit dem metallischen Material gefüllt wird, das die folgenden Schritte aufweist:

Bildung einer Sperrschicht auf dem Isolierfilm durch CVD oder PVD, Einwirkenlassen einer Gasatmosphäre unter hoher Temperatur und hohem Druck auf das Substrat, um die Sperrschicht genau an den Isolierfilm anzupassen,

Ausfällen des metallischen Materials aus Kupfer oder der Kupferlegierung, das aus Kristallkörnern besteht, in dem inneren Teil des Lochs oder der Nut und auf der Oberfläche der Sperrschicht auf dem Isolierfilm oder einer auf der Sperrschicht gebildeten Impfschicht mit Plattieren, CVD oder PVD und anschließend Erhitzen des gesamten Körpers in einer Gasatmosphäre unter Hochdruck zur Fortführung des Kristallkornwachstums der Kristallkörner in dem metallischen Material, während die Erzeugung von Poren unterdrückt wird, wodurch die gesamte Substratoberfläche und der innere Teil des Lochs oder der Nut mit einem im wesentlichen porenfreien Film des metallischen Materials bedeckt werden.

4. Verfahren zur Bildung eines Verbindungsfilms durch Bedecken der Oberfläche des Isolierfilms eines einen Isolierfilm aufweisenden Substrats, in der ein Loch oder eine Nut gebildet ist, mit einem metallischen Material aus Kupfer oder einer Kupferlegierung, wodurch der innere Teil des Lochs oder der Nut mit dem metallischen Material gefüllt wird, das die folgenden Schritte aufweist:

Bilden einer Sperrschicht auf dem Isolierfilm mit CVD oder PVD, Einwirkenlassen einer Gasatmosphäre mit hoher Temperatur und hohem Druck auf das Substrat, um die Sperrschicht genau an den Isolierfilm anzupassen,

Ausfällen des metallischen Materials aus Kupfer oder der Kupferlegierung, das aus Kristallkörnern besteht, in dem inneren Teil des Lochs oder der Nut und auf der Oberfläche der Sperrschicht auf dem Isolierfilm oder einer auf der Sperrschicht gebildeten Impfschicht,

Erhitzen des gesamten Substratkörpers in einer Gasatmosphäre unter Hochdruck nach Zugabe von Wasserstoff zu dem Film des metallischen Materials zur Fortführung des Kristallkornwachstums der Kristallkörner in dem metallischen Material, wobei die Erzeugung von Poren unterdrückt wird, wodurch die gesamte Substratoberfläche und der innere Teil des Lochs oder der Nut mit einem im wesentlichen porenfreien Film des metallischen Materials bedeckt werden.

5. Verfahren zur Bildung eines Verbindungsfilms gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Impfschicht auf der Sperrschicht mit CVD oder Sputtern gebildet wird und die Kristallkörner des metallischen Materials auf der Oberfläche der Impfschicht durch Elektroplattieren ausgefällt werden.

6. Verfahren zur Bildung eines Verbindungsfilm nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei das metallische Material aus feinen Kristallkörnern mit einer mittleren Kristallkorngröße von 0,1 µm oder weniger besteht.

---

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

---

- Leerseite -

FIG.1c

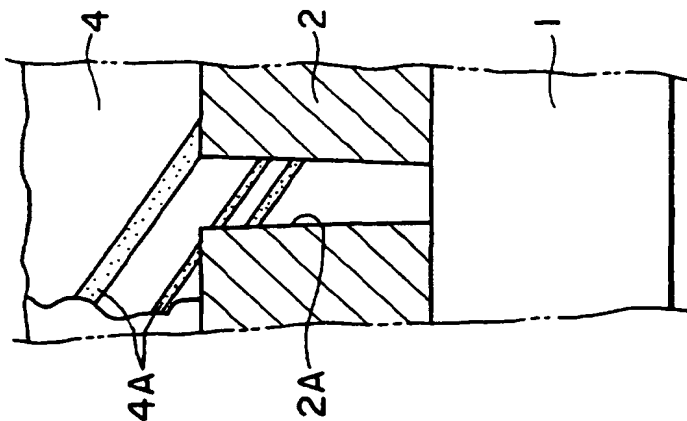


FIG.1b

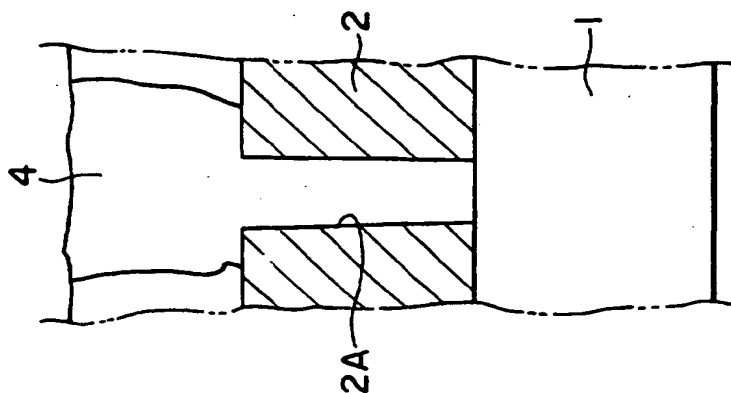
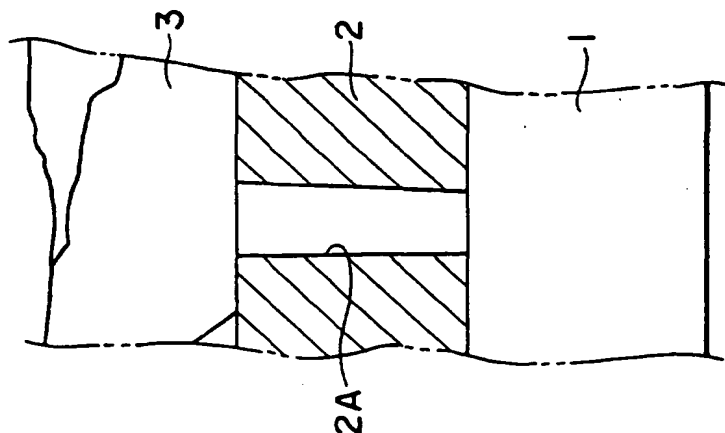


FIG.1a





THERMISCHE BEHANDLUNG  
BEI ATMOSPÄRENDRUCK  
(VERGLEICHSSPIEL)

FIG. 2a

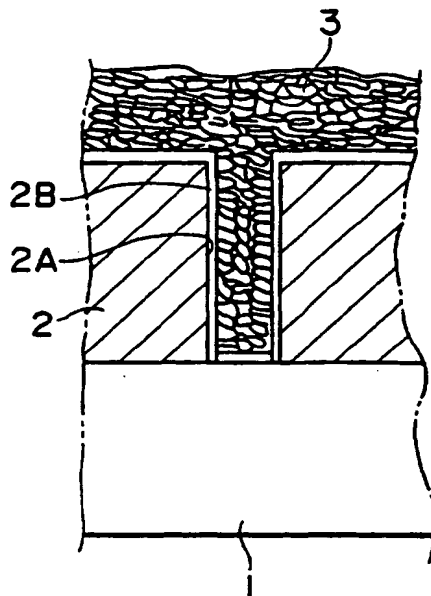


FIG. 2b

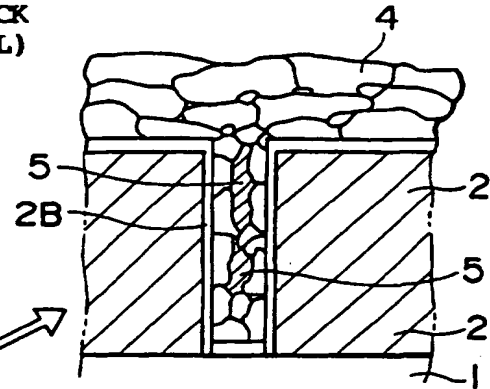


FIG. 2c

HOCHDRUCK-  
GASBEHANDLUNG  
(ERFINDUNG)

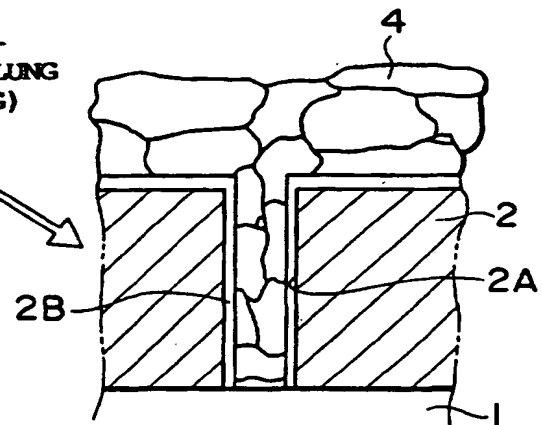


FIG. 3a

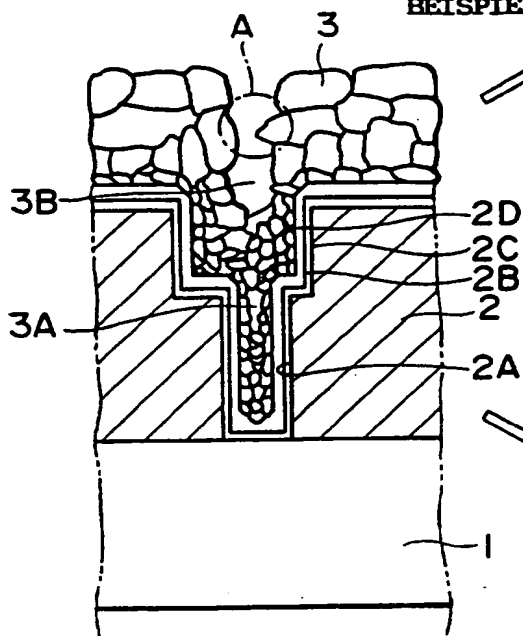


FIG. 3b

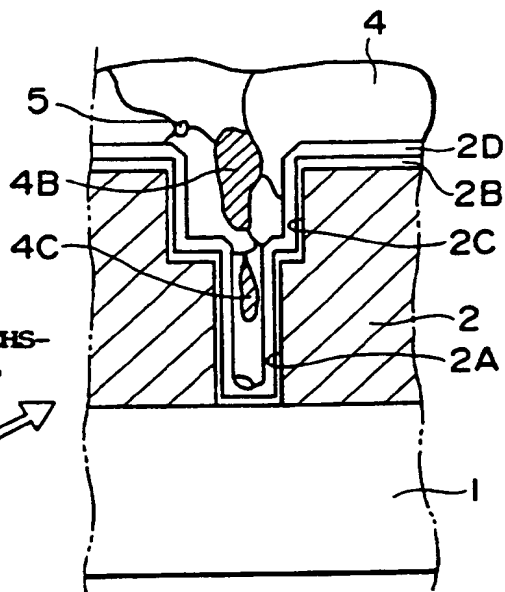


FIG. 3c

